



BREVET D'INVENTION

Le Ministre des Affaires Économiques.

Vu la loi du 24 mai 1854;

Vu le décret du 15 décembre 1942;

Vu la convention d'union pour la protection de la propriété industrielle;

Vu le procès-verbal dressé le 17 mars 1943 à 12 h. 40

au Greffe du Gouvernement provincial du Brabant;

ARRÊTE

Article 1. — Il est décerné à M^r D. Schulze,

dem. Thasensprung, à Wilhelmsdorf über Kirchensdorf (Allemagne),
rep. par l'Office L. Parrotte, à Bruxelles,

un brevet d'invention pour: Protection du bois contre les
destructeurs animaux et végétaux,

qu'il déclare avoir fait l'objet d'une ^{de} première demande de brevet déposée
en Allemagne les 16 janvier et 11 septembre 1940.

Article 2. — Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et périls,
sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de
l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention
(mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui
de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 30 avril 1943.

Au nom du Ministre et par délégation:
Le Directeur Général du Commerce,

Capart

ROYAUME DE BELGIQUE
MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES
BREVET d'invention n° 449703
DEMANDE DÉPOSÉE, le 17. III. 1943
BREVET ACCORDÉ par arrêté ministériel du 30. IV. 1943



MEMOIRE DESCRIPTIF
à l'appui d'une demande de
BREVET D'INVENTION
pour

"Protection du bois contre les destructeurs animaux et végétaux"
par

le Prof. Dr. Bruno SCHULZE, Am Hasensprung, Wilhelmshorst über
Michendorf (Allemagne).

-:-:-:-:-

Faisant l'objet de deux premières demandes de brevet déposées
en ALLEMAGNE, le 16 janvier 1940 et le 11 septembre 1940.

=====

Pour combattre le coléoptère lignivore, qu'il faut considérer
comme le principal insecte nuisible pour l'Europe, on utilisait,
jusqu'à présent, des agents huileux et oléagineux, ainsi que des
solutions aqueuses de certains sels. Bien qu'il s'en trouve plusieurs
de très bonne qualité parmi les agents huileux et oléagineux, la
question des agents protecteurs n'a pas trouvé de solution satis-
faisante, en particulier à cause de la nécessité d'une application
tariée et à grande échelle des dits agents, et ce pour les raisons
suivantes :

1) les agents huileux et oléagineux, qui ont souvent une
bonne action biologique, ont tous une odeur plus ou moins forte
et influencent la combustibilité du bois traité, et ce, pour le

moins, dans un sens qui ne réduit pas cette combustibilité;

2) les composés inorganiques utilisés et proposés jusqu'à présent sont biologiquement si peu actifs qu'ils ne peuvent pas donner satisfaction.

Les résultats défavorables obtenus jusqu'à présent avec les agents inorganiques sont, en partie, également dus au fait que les solutions aqueuses possèdent une puissance de pénétration dans le bois, qui est plus faible que celle des huiles. Un agent destructeur ne peut évidemment agir que dans l'étendue de bois suffisamment imprégnée de cet agent, s'il ne dispose pas d'une action additionnelle sous forme de gaz ou de vapeur. Jusqu'à présent, une telle action additionnelle n'était toutefois connue ou admise que pour des agents protecteurs organiques.

Le besoin urgent d'un agent destructeur inorganique de haute valeur s'explique directement par ce qui a été dit sous 1). Des agents malodorants n'entrent, pour le moins, pas en ligne de compte pour des locaux où sont emmagasinées des denrées sensibles, telles que denrées alimentaires et délicatesses ou drogues. D'autre part, une action ignifuge appréciable sur le bois traité, ne peut être réalisée qu'au moyen de substances inorganiques.

Pour ce qui concerne les sels utilisés jusqu'à présent pour combattre les lignivores, il s'agit en premier lieu de monofluorures, en particulier de silicofluorure de zinc.

Des essais effectués avec de tels agents ont toutefois montré qu'ils n'agissent que très faiblement, ou seulement après un temps très long, contre les anobiidés.

Par contre, des recherches approfondies ont permis de constater que par l'utilisation d'une solution aqueuse ou d'une pâte de : 1) bifluorure de potassium $KF.HF$ ou 2) bifluorure d'ammonium $NH_4F.HF$ ou 3) un mélange de ces composés, on obtient une action étonnamment bonne et très rapide contre les larves d'anobiidés, les larves de coléoptères lignivores et analogues. L'action est

également bonne contre les champignons destructeurs du bois.

En vue d'immuniser le bois contre les champignons, il a déjà été proposé de le traiter avec de l'acide fluorhydrique ou de l'acide fluosilicique, ou avec un mélange de ces deux acides, avec ou sans addition de fluorures. Un tel agent ne peut pratiquement pas être utilisé, déjà du fait des dangers inhérents à sa manipulation et son transport, ainsi que de ses propriétés corrosives.

En outre, pour combattre les destructeurs végétaux du bois, il est ~~bien~~ connu d'utiliser des mélanges de sels qui, en plus d'autres substances, contiennent aussi du bifluorure alcalin.

Si dans de tels mélanges de sels, on utilise parfois également du bifluorure de potassium, c'est uniquement dans le but d'obtenir un agent de conservation facilement soluble. Comme il a été prouvé par des essais, le bifluorure de potassium présent dans les mélanges de sels connus, ne produit toutefois aucune action insecticide utile.

Il a également été préconisé d'imprégner des bois de construction avec une solution de fluorure acide de sodium, en vue de les protéger contre les champignons. Cette substance est cependant peu soluble et moins efficace comme insecticide que l'agent utilisé conformément à l'invention, tel qu'il sera démontré ci-après avec chiffres à l'appui.

Par ailleurs, il a encore été proposé de préparer un liquide de conservation du bois, en mélangeant une solution de fluorure acide de métal lourd, avec ou sans addition subséquente de fluorure de sodium, avec de l'ammoniaque ou du fluorure d'ammonium seulement, ou avec de l'ammoniaque avec addition subséquente de fluorure d'ammonium, de manière à obtenir un liquide d'imprégnation dont des fluorures difficilement solubles de métal lourd se séparent seulement lors du séchage dans le bois ou lors de la vaporisation dans le bois imprégné.

Afin d'obtenir un haut degré de neutralité d'une solution du fluorure acide, on ajoute, selon cette méthode connue, un fluorure

neutre d'ammonium. Quand même l'ajoute de cet agent donne lieu à la formation de bifluorure d'ammonium dans le bois, on ne pouvait néanmoins pas déduire, de cette méthode connue, l'idée d'employer du bifluorure d'ammonium comme tel pour imprégner du bois, étant donné que, suivant ce procédé connu, la formation de bifluorure d'ammonium ne peut se produire qu'à l'intérieur du bois. Les propriétés du liquide connu pour la conservation du bois sont contraires à celles de l'agent, entre autres le bifluorure d'ammonium, devant être utilisé selon l'invention, puisque celui-ci a une réaction acide et ne donne pas lieu à la formation, dans le bois, de composés difficilement solubles.

Finalement, on a encore proposé d'utiliser comme agents de conservation, aussi pour le bois, des mélanges de fluorures acides, tels que du bifluorure de sodium et du bifluorure de potassium, et d'acide borique partiellement déshydraté. Dans ce cas, l'acide borique déshydraté a pour rôle de neutraliser l'acide fluorhydrique.

Au point de vue de leur action insecticide, les mélanges cités sont inférieurs aux agents utilisés conformément à l'invention.

Pour trouver tout d'abord la supériorité du bifluorure de potassium utilisé selon l'invention, par rapport aux agents connus, cités ci-dessus, qui sont utilisés dans la pratique, pour la protection du bois contre les destructeurs animaux et végétaux, notamment le bifluorure de sodium et une solution de bifluorure de potassium et d'acide borique, ainsi que par rapport au silicofluorure de zinc qui est le seul à avoir été utilisé pratiquement, jusqu'à présent, pour combattre le coléoptère lignivore, des indications numériques, basées sur des résultats d'essais, sont données ci-après.

Tableau 1.

Comparaison des valeurs nocives de bifluorure de potassium, bifluorure de sodium et silicofluorure de zinc.

Animaux soumis aux essais : larves de *Anobium punctatum*.

Durée de l'essai.

4 semaines.

12 semaines.

	teneur en % de la solution d'imprégnation.	Absorption de matière nocive en Kg/m^3 de bois.	Teneur en % de la solution d'imprégnation.	Absorption de matière nocive en Kg/m^3 de bois.
bifluorure de potassium	2,5 1,6	17 11	0,63 0,40	3,6 2,3
bifluorure de sodium	>3,34 (solution saturée)	>22	1,6 1,0	11 5,9
silicofluorure de zinc	>25	>190	4,0 2,5	27 16

Comme "valeurs nocives", on a indiqué : comme limite supérieure, la quantité de substance nocive, exprimée en Kg/m^3 de bois, nécessaire pour tuer 100% des animaux soumis à l'essai, endéans le temps d'essai indiqué, et, comme limite inférieure, la quantité de substance nocive immédiatement inférieure, dans la série de concentrations choisie. On a également indiqué les degrés de concentration de la solution d'imprégnation qui correspondent aux quantités indiquées de matière protectrice par m^3 de bois.

Tableau 2.

Comparaison de l'action insecticide de bifluorure de potassium et des mélanges, connus comme agents de conservation, qui sont indiqués ci-après sous 1) et 2).

Mélange 1).

60 kg. de bifluorure de potassium et 40 gr. d'acide borique dont $\frac{1}{2}$ molécule-gramme d'eau a été éliminé, par déshydratation, par molécule-gramme d'acide borique.

Mélange 2).

60 g. de bifluorure de potassium et 30 gr. d'acide borique méta.

Durée de l'essai: 4 semaines.

Animaux soumis aux essais: larves de *Anobium punctatum*.

Teneur en % de la
solution d'impré-
gnation.

KF.HF

Solution du
mélange 1)

Solution du
mélange 2).

- Mortalité en % -

4	100	30	30
2,5	100	-	20
1,6	90	-	30
1,0	25	-	-

Dans le tableau 2, la mortalité indiquée des animaux soumis aux essais constitue l'étalon pour l'action nocive des solutions examinées.

Concernant les tableaux numériques ci-dessus, il convient encore de faire remarquer que l'action insecticide d'agents de protection peut se composer d'actions nocives d'ingestion, de respiration et de contact. Ce n'est qu'à la détermination séparée de ces propriétés que la supériorité extraordinaire du bifluorure de potassium apparaît complètement. Non seulement les valeurs nocives constatées sont plus faibles que pour tous les autres agents inorganiques connus jusqu'à présent pour combattre le coléoptère lignivore, mais il s'agit aussi comme poison de contact et, en plus, il surpasse, par sa forte action à distance, les meilleurs poisons dits "de respiration" parmi les agents connus pour la destruction du coléoptère lignivore. Son pouvoir de pénétration est remarquable. Au point de vue de son action nocive par ingestion et par contact, le bifluorure de potassium est encore surpassé par le bifluorure d'ammonium, qui est proposé en second lieu selon l'invention, mais qui ne possède cependant pas l'action remarquable à distance, à travers le bois, qui est propre au bifluorure de potassium.

L'efficacité du bifluorure d'ammonium a été essayée sur des larves d'anobiidés, du coléoptère lignivore et d'ergate, ainsi que sur des termites. Elle est remarquable, non seulement pour un agent inorganique, mais d'une manière absolue. Tout comme pour le

KF.HF, son pouvoir de pénétration est également remarquable. Il présente aussi de bonnes propriétés au point de vue de l'action contre les champignons. La matière de protection est très bon marché et est disponible en grande quantité.

Par l'emploi d'une solution aqueuse ou d'une pâte composée d'un mélange de bifluorure de potassium et de bifluorure d'ammonium, tel que proposé en troisième lieu par la présente invention, on parvient non seulement à combiner, sans inconvénients, les précieuses propriétés spéciales de ces deux substances, mais l'action du poison, par ingestion, est encore renforcée, de sorte que le dit mélange constitue le meilleur moyen, connu jusqu'à présent, pour combattre le coléoptère lignivore. Il a été constaté qu'une action particulièrement favorable est obtenue par l'emploi d'un mélange composé de bifluorure de potassium et de bifluorure d'ammonium, lorsque ce mélange contient :

20% KF.HF et

5% $\text{NH}_4\text{F.HF}$.

Comme il a déjà été prouvé ci-dessus, avec chiffres à l'appui, que le KF.HF est supérieur aux agents connus et que, d'autre part, comme il a également été indiqué ci-dessus, le $\text{NH}_4\text{F.HF}$ agit mieux que le KF.HF et que, par ailleurs, un mélange de ces deux composés agit mieux que chacun de ces composés séparément, il n'est pas nécessaire de recourir à des indications numériques pour prouver que le mélange est plus efficace que les agents de protection connus.

Les agents selon l'invention peuvent recevoir des additions ayant une action ignifuge, tels que borate d'ammonium, phosphate diammonique, sans que leur action contre les destructeurs animaux et végétaux s'en trouve sensiblement influencée.

Les tentatives entreprises jusqu'à présent pour trouver un agent qui agirait en même temps efficacement contre les destructeurs animaux et végétaux, et aurait, en outre, une action ignifuge,

n'ont pas réussi. Il est clair qu'il est fort désirable de disposer, surtout pour les toitures, d'un agent agissant en même temps contre le feu et la destruction par le coléoptère lignivore. Bien que l'utilisation d'additions ignifuges puisse porter un certain préjudice à l'action insecticide des agents appliqués suivant l'invention, on obtient néanmoins, grâce aux pouvoirs nocifs élevés des agents suivant l'invention, encore toujours une action insecticide tellement forte que la diminution de l'action insecticide peut être admise, en raison du fait qu'une aussi bonne action combinée n'a encore jamais été obtenue jusqu'à présent. Les additions de borate d'ammonium et de phosphate diammonique ne provoquent pas de transformation des agents utilisés selon l'invention.

Pour combattre une attaque du coléoptère lignivore, qui s'est déjà produite, ou comme préventif contre une telle attaque, les agents préconisés selon l'invention, qui peuvent être colorés par l'addition d'environ 1% de colorant, tel que, par exemple, tartrazine XX ou vert PLX, sont incorporés en quantité suffisante, sous forme de solution aqueuse, dans le bois devant être traité, par projection ou par peinture, selon le procédé du trou de forage, ou éventuellement par le procédé d'imprégnation. Sur du bois frais à sève ou sur du bois humide, les dits agents peuvent également être appliqués sous forme de pâte et pénétrer alors profondément dans le bois par suite des phénomènes de diffusion et d'osmose qui se produisent, tel qu'il a été constaté au cours d'essais. L'imprégnation s'opère avantageusement par projection ou peinture en 2-3 opérations, les agents étant, de préférence, utilisés en solution à 5-10 %.

Parmi les agents préconisés selon l'invention, le bifluorure de potassium n'a pas d'action corrosive sur le fer et le mélange de bifluorures de potassium et d'ammonium exerce, par comparaison au comportement du bois non imprégné, même une action protectrice sur le fer. Par contre, le bifluorure d'ammonium a une action

23

corrosive. En vue d'éliminer ce désavantage, il est proposé, conformément à une autre caractéristique de l'invention, de l'employer ensemble avec du fluorure de potassium ou d'ammonium, lesquels réduisent ou suppriment son action corrosive, ou agissent même comme antirouille.

Afin de prouver l'action du fluorure de potassium, il sera indiqué ci-après, à l'aide d'un tableau numérique, l'action corrosive exercée par

- 1) un bloc de bois non imprégné,
 - 2) un bloc de bois imprégné d'une solution de bifluorure d'ammonium à 5% et
 - 3) un bloc de bois imprégné d'une solution de 5% de bifluorure d'ammonium + 5% de fluorure de potassium,
- sur des vis à bois, en acier, les valeurs moyennes indiquées dans ce tableau représentant notamment la perte de poids, en milligrammes, de l'acier.

Tableau.

	1 semaine. Moyennes.	2 semaines Moyennes	3 mois Moyennes	6 mois Moyennes
non imprégné	6	16	24	24
5% $\text{NH}_4\text{F.HF}$	25	32	75,8	263
5% $\text{NH}_4\text{F.HF}$ + 5% KF	1,3	1,9	5,5	22

En plus de leur action réduisant ou supprimant la corrosion, les fluorures de potassium ou d'ammonium, utilisés selon l'invention, possèdent une action biologique, c'est-à-dire qu'ils agissent contre les destructeurs animaux et/ou végétaux du bois.

RE V E N D I C A T I O N S .

1 - L'utilisation d'une solution aqueuse ou d'une pâte de bifluorure de potassium ou de bifluorure d'ammonium, ou d'un mélange de ces composés, comme moyen pour protéger le bois contre les destructeurs animaux et végétaux ou pour combattre ceux-ci dans

du bois déjà attaqué.

2 - L'utilisation d'une solution aqueuse ou d'une pâte formée d'un mélange de bifluorure de potassium et de bifluorure d'ammonium suivant revendication 1, caractérisée en ce que le mélange devant être utilisé contient 10-25% de bifluorure de potassium et 3-10% de bifluorure d'ammonium, mais de préférence 20% de bifluorure de potassium et 5% de bifluorure d'ammonium.

3 - L'utilisation d'une solution aqueuse ou d'une pâte de bifluorure d'ammonium, suivant revendication 1, caractérisée en ce qu'elle est employée ensemble avec du fluorure de potassium ou d'ammonium, lesquels réduisent ou suppriment son action corrosive ou agissent même comme antirouille.

4 - L'utilisation d'une solution aqueuse ou d'une pâte suivant revendication 1 ou 2, caractérisée en ce qu'elle est employée avec des additions ignifuges, telles que du phosphate d'ammonium, du borate d'ammonium, du sulfate d'ammonium, de l'acide borique.

Bruxelles, le 17 mars 1943.

P.Pon. Prof. Dr. Bruno SCHULZE,

Pr. Office Eug. PARETTE,

Bruno Schulze

OFFICE EUG. PARETTE

FONDÉ EN 1898

449703

BREVETS D'INVENTION
MARQUES DE FABRIQUE, DESSINS
MODÈLES EN TOUS PAYS
PROCÈS EN CONTREFAÇON

DIRECTION GÉNÉRALE
DU COMMERCE
28-V-1943
ALGEMEENE DIRECTIE
VAN DEN HANDEL

ADRESSE TÉLÉGRAPHIQUE :
PARETTE - TÉLÉPHONE BRUXELLES
PATENT CODE (2^D EDITION)

TÉLÉPHONE : 12 05 47
COMPTE CHÈQUES - POSTAUX 3279

BRUXELLES 4, LE 26 mai 1943.
19, RUE JOSEPH II

MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES
Service de la Propriété Industrielle,
19, rue de la Loi,
BRUXELLES.

449.703
Monsieur le Directeur Général,

15972
Demande de brevet en Belgique déposée le 17 mars 1943 au
nom de Bruno SCHULZE, pour "Protection du bois contre les
destructeurs animaux et végétaux." - N° 348.498.

Concernant cette demande de brevet, nous tenons à
signaler qu'à la page 5 de la description, tableau 2, mélange
1, une faute de dactylographie insuffisamment corrigée pourrait
laisser supposer qu'il s'agit de 60 kg. de bifluorure de
potassium alors qu'il s'agit de 60 g. comme cela découle
d'ailleurs de la lecture du texte relatif au "Mélange 2)".

En conséquence nous vous serions obligés de bien vouloir
verser la présente au dossier de ce brevet.

Nous autorisons l'Administration à joindre copie de la
présente lettre rectificative à toute copie du brevet corres-
pondant.

Ci-joint veuillez trouver la somme de frs. 15,-- en
timbres fiscaux pour acquit de la taxe afférente à cette
régularisation.

Veuillez croire, Monsieur le Directeur Général, à
l'assurance de notre haute considération.

Annexe : 15 frs. en timbres fiscaux.

Office Eug. PARETTE

*Lettre versée le 31 mai 1943 au
dossier du Brevet 449703.*

[Signature]